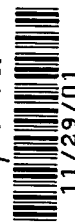


TSL1685

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

J1046 U.S. PTO
09/997749



#2

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年12月15日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-381397

出 願 人

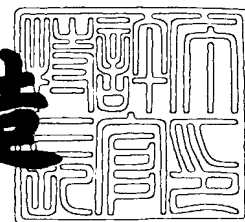
Applicant (s):

東レ・ダウコーニング・シリコン株式会社

2001年 3月23日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3022249

【書類名】 特許願
 【整理番号】 P0001685
 【あて先】 特許庁長官 及川 耕造 殿
 【国際特許分類】 C08L 83/04
 C08K 3/36
 C08K 9/06

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県市原市千種海岸 2 番 2 東レ・ダウコーニング・シリコン株式会社 研究開発本部内

【フリガナ】 コハヤシ ヒデキ

【氏名】 小林 秀樹

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県市原市千種海岸 2 番 2 東レ・ダウコーニング・シリコン株式会社 研究開発本部内

【フリガナ】 サキ モトシ

【氏名】 佐々木 基

【特許出願人】

【識別番号】 000110077

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内一丁目 1 番 3 号

【氏名又は名称】 東レ・ダウコーニング・シリコン株式会社

【代表者】 齊藤 圭史郎

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 057222

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】

明細書

【発明の名称】

撥水性シリコンコーティング剤組成物

【特許請求の範囲】

- 【請求項 1】 (A) 25℃における粘度が20～20,000 mPa・sであり、分子鎖末端がシラノール基またはケイ素原子結合加水分解性基で封鎖されたジオルガノポリシロキサン 100重量部、
- (B) 一般式： $R_a Si X_{4-a}$ （式中、Rは炭素原子数1～10の一価炭化水素基であり、Xは加水分解性基であり、aは0～2の整数である。）で表される架橋剤 5～100重量部、
- (C) 縮合反応用触媒 0.1～20重量部、
- (D) 炭素量が3.7～5.0%であり嵩密度が40～99 g/Lである表面疎水処理乾式シリカ、または、炭素量が2.7～5.0%であり嵩密度が100～300 g/Lである表面疎水処理乾式シリカ 8～50重量部、
- (E) 有機官能性シランカップリング剤系接着付与剤 1～10重量部、
- および
- (F) 沸点が100℃～200℃である有機溶剤

(A) 成分～(E) 成分の合計量に対して
4～100重量%となるような量、

からなることを特徴とする撥水性シリコンコーティング剤組成物。

- 【請求項 2】 (A) 25℃における粘度が20～20,000 mPa・sであり、分子鎖末端がシラノール基またはケイ素原子結合加水分解性基で封鎖されたジオルガノポリシロキサン 100重量部、
- (B) 一般式： $R_a Si X_{4-a}$ （式中、Rは炭素原子数1～10の一価炭化水素基であり、Xは加水分解性基であり、aは0～2の整数である。）で表される架橋剤 5～100重量部、
- (C) 縮合反応用触媒 0.1～20重量部、
- (D) 炭素量が3.7～5.0%であり嵩密度が40～99 g/Lである表面疎水処理乾式シリカ、または、炭素量が2.7～5.0%であり嵩密度が100～300 g/Lである表面疎水処理乾式シリカ 8～50重量部、

(E) 有機官能性シランカップリング剤系接着付与剤 1 ～ 1 0 重量部、

(F) 沸点が 1 0 0 ℃ ～ 2 0 0 ℃ である有機溶剤

(A) 成分 ～ (E) 成分の合計量に対して

4 ～ 1 0 0 重量%となるような量

および

(G) 2 5 ℃ における粘度が 1 0 ～ 1 0 0 0 0 mPa · s である非反応性シリコーンフルイド 1 ～ 5 0 重量部、

からなることを特徴とする撥水性シリコーンコーティング剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は撥水性シリコーンコーティング剤組成物に関する。詳しくは、流動性および塗工性に優れ、かつ、コーティング後は良好な撥水性を示す硬化皮膜を形成し得る撥水性シリコーンコーティング剤組成物に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

撥水性シリコーンコーティング剤は、通常、固形分を有機溶剤で希釈した状態で使用され、塗工後に有機溶剤が揮発することにより撥水性を示す硬化塗膜を形成する。しかしながら、大量の有機溶剤で希釈したコーティング剤は環境保全上および安全衛生上の点で問題があることから、近年、使用が削減されつつある。一方、有機溶剤の配合量が少ないとコーティング剤の粘度が上昇するため流動性および塗工性が低下して、均一なコーティング皮膜が得られにくいという問題がある。これらのことから、有機溶剤を大量に使用しなくても流動性と塗工性に優れ、かつ、コーティング後は良好な撥水性を示す硬化皮膜を形成し得るシリコーンコーティング剤が求められている。

【 0 0 0 3 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明者らは上記問題点を解決すべく鋭意検討した結果、本発明に到達した。

即ち、本発明の目的は、流動性および塗工性に優れ、かつ、コーティング後は

良好な撥水性を示す硬化皮膜を形成し得る撥水性シリコンコーティング剤組成物を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明は、(A) 25℃における粘度が20～20,000 mPa・sであり、分子鎖末端がシラノール基またはケイ素原子結合加水分解性基で封鎖されたジオルガノポリシロキサン 100重量部、

(B) 一般式： $R_a Si X_{4-a}$ （式中、Rは炭素原子数1～10の一価炭化水素基であり、Xは加水分解性基であり、aは0～2の整数である。）で表される架橋剤 5～100重量部、

(C) 縮合反応用触媒 0.1～20重量部、

(D) 炭素量が3.7～5.0%であり嵩密度が40～99 g/Lである表面疎水化処理乾式シリカ、または、炭素量が2.7～5.0%であり嵩密度が100～300 g/Lである表面疎水化処理乾式シリカ 8～50重量部、

(E) 有機官能性シランカップリング剤系接着付与剤 1～10重量部、
および

(F) 沸点が100℃～200℃である有機溶剤

(A) 成分～(E) 成分の合計量に対して

4～100重量%となるような量、

からなることを特徴とする撥水性シリコンコーティング剤組成物、または、

(A) 25℃における粘度が20～20,000 mPa・sであり、分子鎖末端がシラノール基またはケイ素原子結合加水分解性基で封鎖されたジオルガノポリシロキサン 100重量部、

(B) 一般式： $R_a Si X_{4-a}$ （式中、Rは炭素原子数1～10の一価炭化水素基であり、Xは加水分解性基であり、aは0～2の整数である。）で表される架橋剤 5～100重量部、

(C) 縮合反応用触媒 0.1～20重量部、

(D) 炭素量が3.7～5.0%であり嵩密度が40～99 g/Lである表面疎水化処理乾式シリカ、または、炭素量が2.7～5.0%であり嵩密度が100～3

0 0 g / L である表面疎水化処理乾式シリカ 8 ~ 5 0 重量部、
 (E) 有機官能性シランカップリング剤系接着付与剤 1 ~ 1 0 重量部、
 (F) 沸点が 1 0 0 °C ~ 2 0 0 °C である有機溶剤

(A) 成分 ~ (E) 成分の合計量に対して
 4 ~ 1 0 0 重量%となるような量

および

(G) 2 5 °C における粘度が 1 0 ~ 1 0 0 0 0 mPa · s である非反応性シリコーンフルイド 1 ~ 5 0 重量部、
 からなることを特徴とする撥水性シリコーンコーティング剤組成物に関する。

【 0 0 0 5 】

【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳細に説明する。

【 0 0 0 6 】

(A) 成分は本発明組成物の主成分であり、2 5 °C における粘度が 2 0 ~ 2 0 , 0 0 0 mPa · s の分子鎖末端がシラノール基またはケイ素原子結合加水分解性基で封鎖されたジオルガノポリシロキサンである。加水分解性基としては、ジメチルケトオキシム基、メチルエチルケトオキシム基などのジオルガノケトオキシム基；メトキシ基、エトキシ基などのアルコキシ基；アセトキシ基などのアシロキシ基；N - ブチルアミノ基などのオルガノアミノ基；メチルアセトアミド基などのオルガノアシルアミド基；N、N - ジエチルヒドロキシアミノ基などのN、N - ジオルガノヒドロキシアミノ基；プロペノキシ基などのアルケニロキシ基が挙げられる。これらの中でも、アルコキシ基が好ましい。また、このジオルガノポリシロキサン中のケイ素原子に結合する有機基としては、メチル基、エチル基、プロピル基などのアルキル基；ビニル基、アリル基などのアルケニル基；フェニル基などのアリール基等の非置換の一価炭化水素基や、3,3,3-トリフルオロプロピル基、ノナフルオロヘキシル基などのハロゲン原子置換炭化水素基が例示される。このような(A)成分のジオルガノポリシロキサンとしては、分子鎖両末端がシラノール基もしくはメトキシ基で封鎖されたジメチルポリシロキサンが好ましい。粘度は、2 0 ~ 2 0 , 0 0 0 mPa · s であるが、4 0 ~ 1 5 , 0 0 0 mPa · s

が好ましい。

【 0 0 0 7 】

(B) 成分は、一般式： $R_a Si X_{4-a}$ で表される架橋剤であり、上式中、Rは炭素原子数1～10の一価炭化水素基であり、メチル基，エチル基，プロピル基，tert-ブチル基，2-ヘチルヘキシル基などのアルキル基；ビニル基，アリル基などのアルケニル基；フェニル基などのアリール基が例示される。これらの中でもアルキル基やアルケニル基が好ましく、特にメチル基が好ましい。Xは加水分解性基であり、ジメチルケトオキシム基，メチルエチルケトオキシム基などのジオルガノケトオキシム基；メトキシ基，エトキシ基などのアルコキシ基；アセトキシ基などのアシロキシ基；N-ブチルアミノ基などのオルガノアミノ基；メチルアセトアミド基などのオルガノアシルアミド基；N、N-ジエチルヒドロキシアミノ基などのN、N-ジオルガノヒドロキシアミノ基；プロペノキシ基などのアルケニロキシ基が例示される。aは0～2の整数である。このような(B)成分としては、例えばテトラキス（メチルエチルケトキシム）シラン，メチルトリス（メチルエチルケトキシム）シラン，ビニルトリス（メチルエチルケトキシム）シラン，メチルトリメトキシシラン，メチルトリエトキシシラン，ジメチルジメトキシシラン，ジメチルジエトキシシラン，メチルトリアセトキシシラン，テトラメトキシシラン，テトラエトキシシラン，メチルトリイソプロペノキシシラン，テトライソプロペノキシシラン，メチルトリ（N，N-ジエチルアミノ）シランが挙げられる。(B)成分の配合量は、(A)成分100重量部に対して5～100重量部であり、硬化性の面から8～40重量部の範囲が好ましい。

【 0 0 0 8 】

(C) 成分の縮合反応用触媒は従来公知のシラノール縮合触媒で良く、具体例としては、ジブチルスズジアセテート，ジブチルスズジオクテート，ジブチルスズジラウレート，ジブチルスズジマレート，ジオクチルスズジラウレート，ジオクチルスズジマレート，オクチル酸スズなどの有機スズ化合物；イソプロピルトリイソステアロイルチタネート，イソプロピルトリス（ジオクチルパイロホスフェート）チタネート，ビス（ジオクチルパイロホスフェート）オキシアセテートチタネート，テトラアルキルチタネートなどの有機チタネート化合物；テトラブ

チルジルコネート、テトラキス（アセチルアセトナート）ジルコニウム、テトライソブチルジルコネート、ブトキシトリス（アセチルアセトナート）ジルコニウム、ナフテン酸ジルコニウムなどの有機ジルコニウム化合物；トリス（エチルアセトアセテート）アルミニウム、トリス（アセチルアセトナート）アルミニウムなどの有機アルミニウム化合物；ナフテン酸亜鉛，ナフテン酸コバルト，オクチル酸コバルトなどの有機金属触媒；ジエタノールアミン，トリエタノールアミン等の有機ケイ素化合物を含まないアミン系触媒が挙げられる。（C）成分の添加量は、（A）成分100重量部に対して0.1～20重量部であり、硬化性の面から1～15重量部の範囲が好ましい。

【0009】

（D）成分の表面疎水化处理乾式シリカは、本発明組成物の補強性充填剤であり、炭素量が3.7～5.0%であり嵩密度が40～99 g/Lである表面疎水化处理乾式シリカ、または、炭素量が2.7～5.0%であり嵩密度が100～300 g/Lである表面疎水化处理乾式シリカが使用される。このような特定の炭素量と嵩密度を有する表面疎水化处理乾式シリカを使用することにより、大量の有機溶剤で希釈しなくても、流動性、塗工性、撥水性に優れたコーティング剤が得られる。尚、本発明でいう炭素量は、通常のCHNアナライザーを用いて測定した値であり、嵩密度は、予め容積を測定しておいた容器に表面疎水化处理乾式シリカを充填して、その重量を測定したものである。このような（D）成分の表面疎水化处理乾式シリカは、例えば、BET法比表面積が50～500 m²/gである表面未処理の乾式法シリカを、ヘキサメチルジシラザン、ジメチルジクロロシラン、環状ジメチルシロキサンなどの有機ケイ素化合物で入念に処理することにより調製される。特に、ヘキサメチルジシラザンで疎水化表面処理されたシリカが好ましい。炭素量を高くするための方法としては、水分とヘキサメチルジシラザンを過剰に用いて処理する方法が挙げられる。また、嵩密度を調整する方法としては、機械的なせん断を与える方法や圧縮する方法が挙げられる。この（D）成分の内、炭素量が3.7～5.0%であり嵩密度が40～99 g/Lである表面疎水化处理乾式シリカは、炭素量が3.8～4.5%の範囲であり嵩密度が50～95 g/Lの範囲であることが好ましく、炭素量が4.0%を越え4.5%以下の

範囲がより好ましい。(D)成分のもう一つの成分である、炭素量が2.7~5.0%であり嵩密度が100~300 g/Lである表面疎水化处理乾式シリカは、炭素量が2.8~4.0%の範囲であり嵩密度が100~200 g/Lであることが好ましい。(D)成分の添加量は、(A)成分100重量部に対して8~50重量部であり、塗工性と撥水性の面から9~40重量部の範囲が好ましい。

【0010】

(E)成分の有機官能性シランカップリング剤は接着付与成分であり、具体的には、 γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン、3-(2-アミノエチル)アミノプロピルトリメトキシシラン、3-(2-アミノエチル)アミノプロピルトリエトキシシラン、3-(2-アミノエチル)アミノプロピルメチルジメトキシシラン等のアミノシラン、3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、3-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン等のエポキシシランおよび上記したアミノシランとエポキシシランの反応物が例示される。(E)成分の添加量は、(A)成分100重量部に対して1~10重量部であり、好ましくは、1.5~8重量部の範囲である。

【0011】

(F)成分の有機溶剤は、本発明組成物の粘度を調整して塗工性を向上させる成分である。このような有機溶媒は、沸点が100℃~200℃の範囲にあり、(A)成分や(B)成分を溶解するものであればよく、種類や使用量によって適宜選択される。具体的には、トルエン、キシレン、ナフテン(商品名ナフテゾールLL;日本石油化学製)等の芳香族系炭化水素;2-ペンタノン、4-メチル-2-ペンタノン等のケトン類;イソパラフィン、ノルマルパラフィン(商品名アイソゾール200, 300, ノルマルパラフィンSL;日本石油化学製)等の脂肪族系炭化水素;酢酸ブチル、酢酸イソブチル等のエステル類;ヘキサメチルジシロキサン、オクタメチルトリシロキサンのような揮発性シリコーンなどの1種または2種以上の混合溶剤などが挙げられる。(F)成分の添加量は、上記(A)成分~(E)成分の合計量に対して4~100重量%となるような量であり、好ましくは、10~50重量%となるような量である。これは、4重量%未満

であると塗工性が悪く、100重量%を越えるとコーティング膜が薄くなるためである。

【0012】

本発明組成物は上記（A）成分～（F）成分からなるものであるが、撥水性向上のために、（G）成分として25℃における粘度が10～10000 mPa・sの非反応性のシリコーンフルイドを添加配合することができる。このシリコーンフルイドの代表例は、分子中にシラノール基や加水分解性基等の縮合反応性基を含有しないポリジオルガノシロキサンである。そのケイ素原子に結合する基としては、メチル基，エチル基，プロピル基などのアルキル基；ビニル基，アリル基などのアルケニル基；フェニル基などのアリアル基の他、ポリオキシエチレン鎖，ポリオキシプロピレン鎖，オキシエチレン・オキシプロピレン鎖のようなポリエーテル基が挙げられる。（G）成分の具体例としては、分子鎖両末端がトリメチルシロキシ基で封鎖された、ポリジメチルシロキサンフルイド，ジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体フルイド，ジメチルシロキサン・メチルビニルシロキサン共重合体フルイド，ジメチルシロキサン・ジフェニルシロキサン共重合体フルイド，ポリエーテル変性ポリジメチルシロキサンフルイドが挙げられる。25℃における粘度は10～10000 mPa・sの範囲であるが、50～5000 mPa・sの範囲が好ましい。（G）成分の添加量は、（A）成分100重量部に対して1～50重量部であり、好ましくは5～40重量部である。

【0013】

さらに本発明組成物には、通常の塗料に用いられる各種添加剤や充填剤を適宜加えてもよい。具体的には、酸化チタン，群青，紺青，亜鉛華，ベンガラ，黄鉛，鉛白，カーボンブラック，透明酸化鉄，アルミニウム粉などの無機顔料；アゾ系顔料，トリフェニルメタン系顔料，キノリン系顔料，アントラキノン系顔料，フタロシアニン系顔料などの有機顔料；防錆剤，紫外線吸収剤，光安定剤，タレ防止剤，レベリング剤などの添加剤；石英微粉末，炭酸カルシウム，煙霧質二酸化チタン，けいそう土，水酸化アルミニウム，微粒状アルミナ，マグネシア，酸化亜鉛，炭酸亜鉛およびこれらの表面がシラン類，シラザン類，低重合度シロキ

サン類、有機化合物などで処理された充填剤；フッ素樹脂微粉末などの樹脂粉末が挙げられる。

【0014】

本発明組成物を調製する方法としては、上記（A）成分～（F）成分または（A）成分～（G）成分を、周知の混練装置、例えば、ロスミキサー、ホバートミキサー、トレロミキサー、ロールミキサー、ヘンシェルミキサー、バンバリーミキサー、ニーダミキサー、フロージェットミキサー、ボールミル、振動ミル、スクリュエクストルダー、パドルミキサー、リボンミキサー等の混練装置によって混練する方法が挙げられる。また、混合時に加熱してもよく、加熱温度は30～200℃の温度であることが好ましい。混練する順序は任意であるが、（A）成分～（G）成分を同時に混練する方法、（A）成分と（B）成分と（D）成分を混練して1液とし、もう一方で（C）成分と（E）成分と（F）成分と（G）成分を混練して1液を作製して最後に両者を混合する方法、（A）成分と（B）成分と（D）成分と（G）成分を混練して1液とし、もう一方で（C）成分と（E）成分と（F）成分を混練して1液を作製して最後に両者を混合する方法が例示される。このような本発明組成物の25℃における粘度は、通常、1000～15,000 mPa・sの範囲である。尚、粘度範囲は、条件によって変動するため、V型回転粘度計（ローターNo.4）を用いて60 rpmの条件下で測定した場合に、この範囲を示すことが好ましい。

【0015】

本発明組成物のコーティング方法としては、例えば、浸漬、吹付け、刷毛塗り等の方法が挙げられる。塗工後は、通常、常温でそのまま硬化せしめられる。コーティング塗膜の厚さは任意であるが、1～500 μ mとすることが好ましい。

【0016】

以上のような本発明の撥水性シリコンコーティング剤組成物は、各種金属基材、モルタル板、スレート板、コンクリート、木材、プラスチック基材、ガラス、セラミックス表面の撥水性コーティング剤として使用することができる。特に、海岸付近のパイプラインやタンクなどの設備の撥水コーティング剤として有用である。

【0017】

【実施例】

以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。実施例中、部とあるのは重量部を示す。粘度は、V型回転粘度計（ローターNo.4）を用いて60rpmにて測定した25℃における値である。シリカの炭素量はCHNアナライザーを用いて測定した。嵩密度は、静置した250mlメスシリンダーにシリカ約10gを30～60秒間で投入して、投入前後のメスシリンダーの重量差からシリカ重量を精秤すると共に、シリカを投入して120秒後のシリカの体積を目盛りから読み取り、嵩密度〔重量(g)/体積(L)〕を測定した。また、セルフレベリング性試験は、シリコーンコーティング剤組成物2gをスポイトを用いてアルミ平板の上にのせ、24時間経過後の塗膜の広がり（塗膜の直径：mm）を測定したものである。また、硬化皮膜の撥水性は、25℃における水の接触角を接触角計〔協和界面科学社製；商品名CA-Z〕を用いて測定することにより判定した。

【0018】

【参考例1】

表面未処理乾式シリカ（BET法比表面積 $160\text{ m}^2/\text{g}$ ）100部を高速で攪拌しながらこれに、ヘキサメチルジシラザン20部および水12部を噴霧して、1時間攪拌した。さらに窒素気流下で150℃にて5時間攪拌を行うことにより、表面が疎水化処理された乾式シリカを得た。得られたシリカの炭素量は4.1%であり、嵩密度は 80 g/L であった。

【0019】

【参考例2】

ボールミルに、ヘキサメチルジシラザンで表面疎水化処理された乾式シリカ（BET法比表面積 $160\text{ m}^2/\text{g}$ 、炭素量3.0%、嵩密度 60 g/L ）100部を投入して攪拌することにより、嵩密度を 140 g/L に調整した。攪拌後のBET法比表面積および炭素量は攪拌前と同じであった。

【0020】

【実施例1】

粘度 4,000 mPa・s の分子鎖両末端がシラノール基で封鎖されたポリジメチルシロキサン 100 部、参考例 1 で得られた表面疎水化处理乾式法シリカ (BET 法比表面積 $160 \text{ m}^2/\text{g}$ 、炭素量 4.1%、嵩密度 80 g/L) 20 部、メチルトリス (メチルエチルケトキシム) シラン 18 部を均一に混合した。次いでこれに、3-(2-アミノエチル) アミノプロピルトリメトキシシラン 1.5 部、ジブチルスズジラウレート 0.5 部、キシレン 38 部を添加してさらに混合して、粘度 8,400 mPa・s のシリコーンコーティング剤組成物を調製した。

得られた組成物についてセルフレベリング性試験を行ったところ、塗膜の直径は 38 mm であり、塗工性に優れることが判明した。また、得られた組成物をアルミ板に塗布した後、室温で 1 週間放置して硬化皮膜を形成させた。この硬化皮膜の水に対する接触角は 110 度であった。

【0021】

【実施例 2】

粘度 4,000 mPa・s の分子鎖両末端がシラノール基で封鎖されたポリジメチルシロキサン 100 部、参考例 1 で得られた表面疎水化处理乾式法シリカ (BET 法比表面積 $160 \text{ m}^2/\text{g}$ 、炭素量 4.1%、嵩密度 80 g/L) 20 部、メチルトリス (メチルエチルケトキシム) シラン 18 部を均一に混合した。次いでこれに、3-(2-アミノエチル) アミノプロピルトリメトキシシラン 1.5 部、ジブチルスズジラウレート 0.5 部、キシレン 38 部、粘度 100 mPa・s の両末端トリメチルシロキシ基封鎖ポリジメチルシロキサンプルイド 5 部を添加してさらに混合して、粘度 8,000 mPa・s のシリコーンコーティング剤組成物を調製した。

得られた組成物についてセルフレベリング性試験を行ったところ、塗膜の直径は 40 mm であり、塗工性に優れることが判明した。また、光学顕微鏡を用いて 50 倍で塗膜表面を観察したところ、表面は極めて平滑であることが確認された。さらに、得られた組成物をアルミ板に塗布した後、室温で 1 週間放置して硬化皮膜を形成させた。この硬化皮膜の水に対する接触角は 112 度であった。

【0022】

【実施例 3】

粘度 4,000 mPa・s の分子鎖両末端がシラノール基で封鎖されたポリジメチルシロキサン 100 部、参考例 2 で得られた表面疎水化处理乾式法シリカ（BET 法比表面積 $160 \text{ m}^2/\text{g}$ 、炭素量 3.0%、嵩密度 140 g/L ）20 部、メチルトリス（メチルエチルケトキシム）シラン 18 部、3-アミノプロピルトリエトキシシラン 1.5 部、ジブチルスズジラウレート 0.5 部、キシレン 38 部を均一に混合して、粘度 4,500 mPa・s のシリコーンコーティング剤組成物を調製した。

得られた組成物についてセルフレベリング性試験を行ったところ、塗膜の直径は 44 mm であり、塗工性に優れることが判明した。また、光学顕微鏡を用いて 50 倍で塗膜表面を観察したところ、表面は極めて平滑であることが確認された。さらに、得られた組成物をアルミ板に塗布した後、室温で 1 週間放置して硬化皮膜を形成させた。この硬化皮膜の水に対する接触角は 110 度であった。

【0023】

【実施例 4】

粘度 2000 mPa・s の分子鎖両末端がシラノール基で封鎖されたポリジメチルシロキサン 100 部、参考例 2 で得られた表面疎水化处理乾式法シリカ（BET 法比表面積 $160 \text{ m}^2/\text{g}$ 、炭素量 3.0%、嵩密度 140 g/L ）20 部、メチルトリス（メチルエチルケトキシム）シラン 18 部、ジブチルスズジラウレート 0.4 部、3-（2-アミノエチル）アミノプロピルトリメトキシシラン 1.5 部、粘度 100 mPa・s の両末端トリメチルシロキシ基封鎖ポリジメチルシロキサンフルイド 10 部、キシレン 14 部を均一に混合して、粘度 2,500 mPa・s のシリコーンコーティング剤組成物を調製した。

得られた組成物についてセルフレベリング性試験を行ったところ、塗膜の直径は 50 mm であり、塗工性に優れることが判明した。また、光学顕微鏡を用いて 50 倍で塗膜表面を観察したところ、表面は極めて平滑であることが確認された。さらに、得られた組成物をアルミ板に塗布した後、室温で 1 週間放置して硬化皮膜を形成させた。この硬化皮膜の水に対する接触角は 110 度であった。

【0024】

【比較例 1】

実施例 1 において、参考例 1 で得られた表面疎水化処理乾式法シリカ 20 部の代わりに、ヘキサメチルジシラザンで表面疎水化処理された炭素量 2.0 %、嵩密度 50 g/l の乾式法シリカ (BET 法比表面積 $180 \text{ m}^2/\text{g}$) 20 部を用いた以外は実施例 1 と同様にして、シリコンコーティング剤組成物を調製した。得られた組成物の粘度を測定したところ、12,000 mPa·s であり、実施例 1 の組成物に比べて 3,600 mPa·s も粘度上昇が認められた。

得られた組成物についてセルフレベリング性試験を行ったところ、塗膜の直径は 33 mm であり、塗工性が不十分であることが判明した。また、光学顕微鏡を用いて 50 倍で塗膜表面を観察したところ、表面に微小なボイドがあることが確認された。尚、得られた硬化皮膜の水に対する接触角は 109 度であった。

【0025】

【発明の効果】

本発明の撥水性シリコンコーティング剤組成物は、上記 (A) 成分～(F) 成分もしくは (A) 成分～(G) 成分各所定量からなるので、流動性および塗工性に優れており、かつ、硬化後は良好な撥水性を示すコーティング皮膜を形成するという特徴を有する。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 流動性および塗工性に優れ、かつ、コーティング後は良好な撥水性を示す硬化皮膜を形成し得る撥水性シリコンコーティング剤組成物を提供する。

【解決手段】 (A) 25℃における粘度が20～20,000 mPa・sであり、分子鎖末端がシラノール基またはケイ素原子結合加水分解性基で封鎖されたジオルガノポリシロキサン、(B) 一般式： R_aSiX_{4-a} （式中、Rは炭素原子数1～10の一価炭化水素基であり、Xは加水分解性基であり、aは0～2の整数である。）で表される架橋剤、(C) 縮合反応用触媒、(D) 炭素量が3.7～5.0%であり嵩密度が40～99 g/Lである表面疎水化处理乾式シリカ、または、炭素量が2.7～5.0%であり嵩密度が100～300 g/Lである表面疎水化处理乾式シリカ、(E) 有機官能性シランカップリング剤系接着付与剤および(F) 沸点が100℃～200℃である有機溶剤からなることを特徴とする撥水性シリコンコーティング剤組成物。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-381397
受付番号	50001618670
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成12年12月18日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成12年12月15日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000110077]

1. 変更年月日 1996年10月14日

[変更理由] 住所変更

住 所 東京都千代田区丸の内一丁目1番3号

氏 名 東レ・ダウコーニング・シリコン株式会社